

ИССЛЕДОВАНИЕ СОДЕРЖАЩИХ ГАФНИЙ ДЕФЕКТОВ В ГРАНУЛИРОВАННОМ НИКЕЛЕВОМ СПЛАВЕ ЭП741НП, ИСПОЛЬЗУЕМОМ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ДИСКОВ АВИАЦИОННЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ

© 2019

- И. Н. Трунькин** кандидат физико-математических наук, инженер-исследователь;
Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
г. Москва;
igor.trunckin@yandex.ru
- М. А. Артамонов** кандидат физико-математических наук, начальник бригады
конструктивной прочности;
Опытно-конструкторское бюро имени А. Люльки,
филиал ПАО «ОДК-УМПО», г. Москва;
maxartamonov@gmail.com
- А. В. Овчаров** инженер-исследователь;
Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
г. Москва;
ovcharov.91@gmail.com
- А. Л. Васильев** кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник;
Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
г. Москва;
a.vasiliev56@gmail.com

В ходе испытания на малоцикловую усталость заготовок турбинных дисков турбореактивных двигателей, изготовленных из гранулируемого никелевого сплава ЭП741НП, были получены образцы излома. Область излома была исследована различными методами электронной микроскопии. В центре излома было обнаружено скопление округлых микрочастиц с высокой концентрацией Hf по данным энергодисперсионного рентгеновского микроанализа. Такие скопления наблюдаются примерно в половине случаев изломов подобных заготовок. Гафний является легирующим элементом в сплаве, однако его содержание строго лимитируется и не должно превышать 0,4 массовых %. С помощью высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии, энергодисперсионного рентгеновского микроанализа и электронной дифракции было определено, что эти частицы представляют собой монокристаллы HfO_2 с моноклинной сингонией. Некоторые частицы содержат ядра, различающиеся по элементному составу и структуре. Часть ядер содержат такие элементы, как С, О, S, F и др., которые могут являться индикаторами органического загрязнения образца. Вокруг некоторых частиц HfO_2 была обнаружена аморфная оболочка с высоким содержанием углерода. Полученные данные указывают на то, что формирование этих частиц связано с органическим загрязнением. Для предотвращения образования таких очагов разрушений необходимо повысить чистоту технологических процессов производства.

Турбореактивный двигатель; диск; оксид гафния; дефекты гранулируемого никелевого сплава; просвечивающая электронная микроскопия; энергодисперсионный рентгеновский микроанализ.

Цитирование: Трунькин И.Н., Артамонов М.А., Овчаров А.В., Васильев А.Л. Исследование содержащих гафний дефектов в гранулированном никелевом сплаве ЭП741НП, используемом для изготовления дисков авиационных двигателей // Вестник Самарского университета. Аэрокосмическая техника, технологии и машиностроение. 2019. Т. 18, № 2. С. 89-95. DOI: 10.18287/2541-7533-2019-18-2-89-95

Введение

Современные диски турбин газотурбинных двигателей и энергетических установок работают при температурах, достигающих 650°C. Для их изготовления используются жаропрочные никелевые сплавы (суперсплавы) [1]. Основным методом получения

гранул суперсплавов сферической формы является вакуумно-индукционная плавка металла с последующим распылением [2].

В рамках работ по прогнозированию ресурса турбинных дисков турбореактивных двигателей, изготовленных из гранулируемого никелевого сплава ЭП741НП в ОКБ имени А. Льюльки были проведены исследования образцов, разрушенных после испытаний на малоцикловую усталость. Химический состав сплава ЭП741НП представлен в табл. 1.

Таблица 1. Химический состав гранулируемого жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП

Основные легирующие элементы, % мас.									
Ni	C	Cr	Mo	W	Al	Ti	Co	Nb	Hf
Основа	0,02-0,06	8,0-10,0	3,5-4,2	5,2-5,9	4,8-5,3	1,6-2,0	15,0-16,5	2,4-2,8	0,1-0,4

Окончание табл. 1

НЕ БОЛЕЕ								
B	Ce	Zr	Mg	Si	Mn	S	P	Fe
0,015	0,01	0,015	0,02	0,5	0,5	0,009	0,015	0,5

Установлено, что зарождение усталостных трещин может происходить от дефектов, находящихся в объёме материала. При этом вероятность зарождения усталостных трещин от дефектов зависит от температуры и размаха напряжения (или деформации), при которых испытывались образцы. При рабочей температуре 650°C и испытаниях по мягкому циклу с коэффициентом асимметрии $R = 0,1$ с максимальным уровнем напряжения цикла около 980 МПа (данные условия испытания прописаны в технических условиях (ТУ) к заготовкам дисков и валов из гранул жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП) зарождение усталостных трещин от внутренних дефектов происходит примерно в 80 % от общего количества разрушений. Полученная долговечность для всех испытанных образцов превышает 5000 циклов, которые должен отстоять материал (данное требование прописано в ТУ), что указывает на годность данного сплава для промышленного использования. В половине случаев дефектная область (ДО) представляет собой керамическое включение (например оксид Ti) (рис. 1, а), природа появления которого в материале известна и описана в литературе [2]. Однако в остальных случаях ДО представляет собой кластер множества частиц округлой формы (рис. 1, б). Как показал рентгеновский микроанализ, проведённый с исследуемыми образцами, в этих частицах присутствует значительная концентрация гафния. Гафний является легирующим элементом в сплаве, однако его содержание строго лимитируется и не должно превышать 0,4 мас. % (табл. 1). Выяснение природы формирования данного типа дефектов является предметом научного и практического интереса. Повышение чистоты материала приведёт к уменьшению образования ДО и, как следствие, к улучшению усталостных характеристик деталей. Это, в свою очередь, приведёт к увеличению ресурса работы деталей, что имеет большую экономическую выгоду.

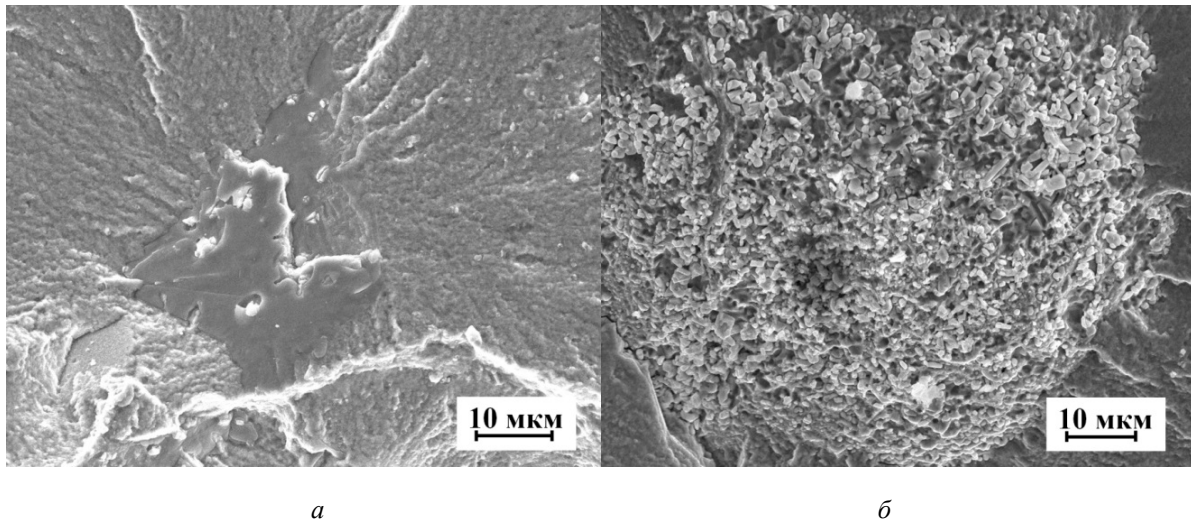


Рис. 1. Изображения, полученные РЭМ. Примеры дефектов, наблюдаемых в сплаве ЭП-741НП: а – керамическое включение (оксид титана); б – кластер из частиц, содержащих гафний

Методика проведения исследования

Для проведения исследований был выбран образец из гранулируемого жаропрочного никелевого сплава ЭП741НП, предоставленный ОАО «Ступинская металлургическая компания». Образец для исследования представляет собой заготовку, разрушенную после испытаний на малоцикловую усталость. Гранулы сплава фракции диаметром менее 140 мкм, полученные методом PREP (plasma rotate electrode process) из литых шлифованных прутков, произведённых в процессе двойного плавления (вакуумное индукционное с последующим вакуумным дуговым). Заготовка диска изготовлена методом горячего изостатического прессования по серийной технологии.

Фрактография излома образца была проведена в растровом электронном микроскопе (РЭМ) JSM-IT300LV (JEOL, Япония) с энергодисперсионным микроанализатором (ЭМ) INCA SDD X-MAX (Oxford Instruments, США).

Поперечные срезы (ламели) образцов для последующих исследований методами электронной микроскопии получены в двухлучевом растровом электронно-ионном микроскопе Helios Nano Lab 600i (FEI, США) с применением фокусированного ионного пучка (ФИП) Ga^+ ; ускоряющие напряжения составляли 30 – 2 кВ. Микроскоп оснащён микроманипулятором Omniprobe 200 (Omniprobe, США) и газовыми инжекционными системами для осаждения Pt, W и C. Для предотвращения ионного повреждения поверхности образца во время приготовления ламели был напылён защитный слой Pt в электронном и ионном пучках.

Полученные срезы были исследованы в просвечивающем / растровом электронном микроскопе (П/РЭМ) TITAN 80–300 (FEI, США) с корректором сферической абберации зонда в режимах светлого и тёмного полей. В режиме ПРЭМ использовался высокоугловой кольцевой тёмнопольный детектор, регистрирующий электроны, рассеянные на большие углы (Fischione, США). Данный тип изображения обладает Z-контрастом, вследствие чего объекты, содержащие более тяжёлые элементы, выглядят светлее. В режиме ПЭМ использовалась CCD-камера (Gatan, США) 4×4 Мегапикселей. Для ЭМ применялся Si(Li) детектор (EDAX, США). Ускоряющее напряжение во всех экспериментах составляло 300 кВ.

Исследование излома

В очаге усталостной трещины образца были обнаружены частицы с характерными размерами 0,5-2 мкм (рис. 2, а, б). С помощью ФИП были получены ламели из области образца с частицами на поверхности (рис. 2, в). Необходимо отметить, что во время утонения полученных ламелей было обнаружено, что некоторые частицы неоднородны и могут иметь ядро (красная стрелка на рис. 2, в).

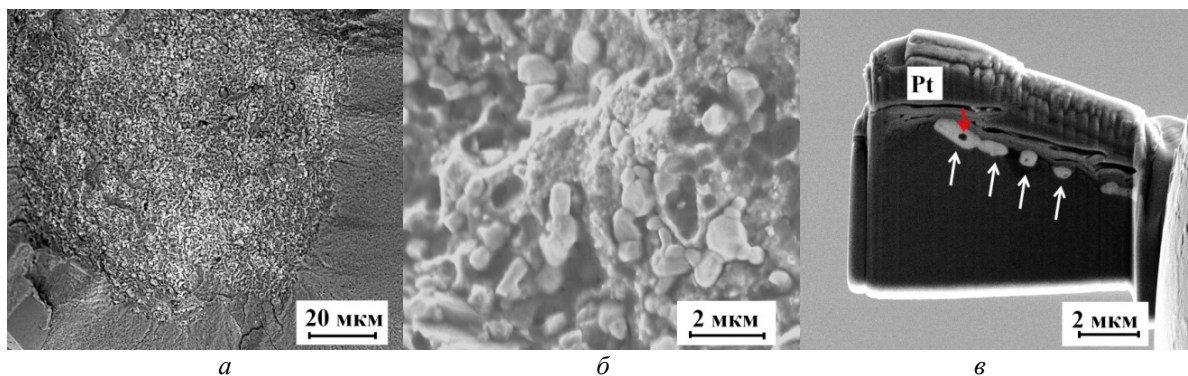


Рис. 2. Изображения частиц, полученное РЭМ:
 а – очаг трещины, содержащий частицы; б – увеличенное изображение частиц;
 в – срез образца (белые стрелки - частицы, красная стрелка – ядро частицы)

На рис. 3, а представлено ПЭМ изображение одной частицы. С помощью ЭРМ и анализа изображений кристаллической структуры (рис. 3, б) и электронной дифракции (рис. 3, в) было определено, что данная частица представляет собой включение HfO_2 с моноклинной сингонией (пр.гр. $P2_1/c$; $a = 0,51$; $c = 0,5$ нм; $\beta = 99$) [3].

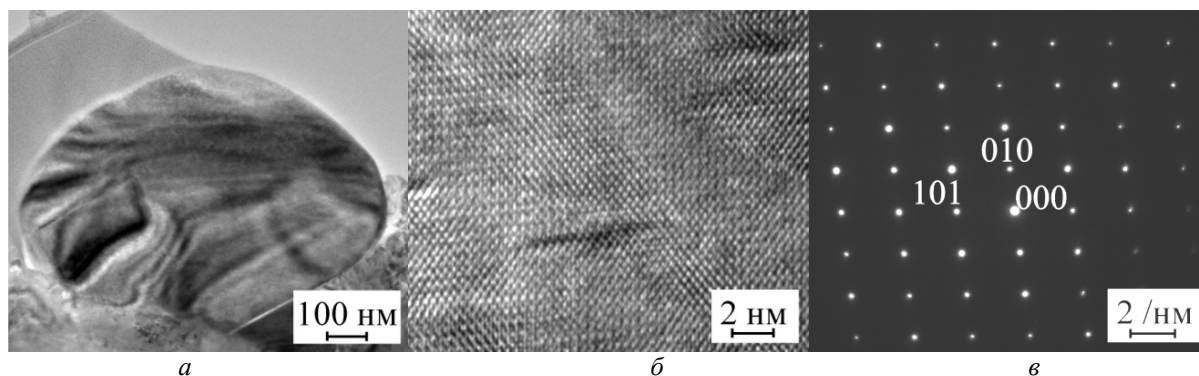


Рис. 3. Изображение одной частицы, полученное ПЭМ:
 а – изображение частицы HfO_2 ; б – изображение кристаллической структуры HfO_2 ; в – электронограмма от частицы

Как было показано на рис. 2, в, некоторые частицы содержат ядро. На рис. 4 представлены ПРЭМ изображения частиц с ядрами. Видно, что ядра частиц заметно темнее оболочки HfO_2 . Из этого следует, что ядро состоит из более лёгких элементов. ЭРМ показал, что состав ядер значительно отличается от состава оболочки и основного материала образца, а также между собой. Ядро на рис. 4, а содержит Ca, S и C, на рис. 4, б – C, O, F, Mg, Ti и Nb, на рис. 4, в – Al, C и O. Наличие в ядрах такого элемента как фтор косвенно указывает на возможное загрязнение материала элементами фторопласта, который может применяться в уплотнениях [2] бункеров для хранения, транспортировки гранул. Было обнаружено, что ядра могут быть как монокристаллическими, так и поликристаллическими. По полученным данным можно предположить, что в образец попа-

ли частицы загрязнения, вокруг которых сформировалась оболочка HfO_2 . Примерно половина наблюдаемых частиц содержала ядра. Но необходимо отметить, что образец для ПЭМ исследований представляет собой тонкую ламель и в некоторых частицах первоначально могли присутствовать ядра, которые не попали на срез. Поэтому частиц с ядрами может быть больше половины.

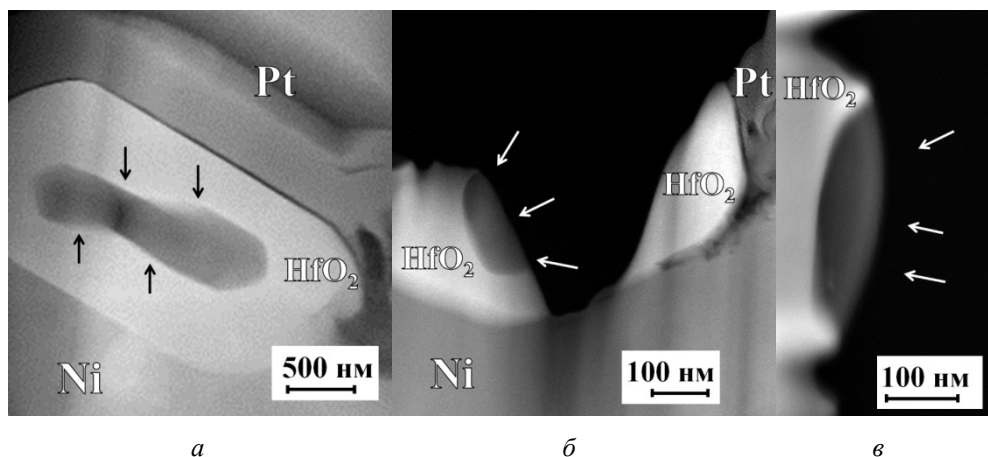


Рис. 4. Изображения частиц HfO_2 с ядром (ядра обозначены стрелками), полученное ПЭМ: а – целая частица, защищённая слоем Pt; б, в – частицы, повреждённые при ионном утонении

Также было обнаружено, что вокруг частиц наблюдается аморфная оболочка, состоящая преимущественно из углерода (рис. 5). Это также свидетельствует о влиянии загрязнения на формирование частиц.

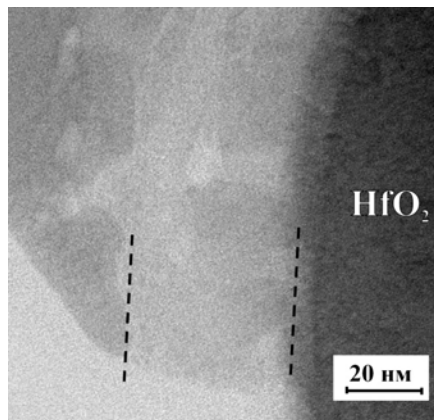


Рис. 5. Светлопольное изображение границы частицы HfO_2 , полученное ПЭМ, и аморфной оболочки. Пунктирными линиями показаны границы аморфной оболочки

Заключение

Проведённое исследование позволило установить, что обнаруженные кластеры частиц, от которых возможно зарождение усталостных трещин, представляют собой кристаллический HfO_2 с моноклинной сингонией. Были выявлены как однородные частицы HfO_2 , так и частицы с микроструктурой ядро-оболочка, у которых оболочка состоит из HfO_2 , а ядра различаются по составу и структуре и могут включать различные элементы. Наличие подобных частиц оксида гафния различной морфологии можно объяснить присутствием в материале загрязнений, содержащих кислород. Предположительно данные загрязнения являются органическими. Для исключения появления по-

добных очагов разрушений требуется проводить работы, связанные с повышением чистоты технологических процессов производства.

Библиографический список

1. Иноземцев А.А., Аношкин Н.Ф., Башкатова И.Г., Гарибов Г.С., Коряковцев А.С. Применение дисков из гранул жаропрочных никелевых сплавов в серийных ГТД авиационной и наземной техники. В кн.: «Перспективные технологии лёгких и специальных сплавов: к 100-летию со дня рождения академика А.Ф. Белова». М.: Физматлит, 2006. С. 371-376.

2. Гарибов Г.С., Кошелев В.Я., Шорошев Ю.Г., Востриков А.В. Исследование состава неметаллических включений в массе гранул жаропрочных никелевых сплавов // Заготовительные производства в машиностроении. 2010. № 1. С. 45-48.

3. Hann R.E., Switch P.R., Pentecost J.L. Monoclinic crystal structures of ZrO_2 and HfO_2 refined from X-ray powder diffraction data // Journal of the American Ceramic Society. 1985. V. 68, Iss. 10. P. 285-286. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1985.tb11534.x

RESEARCH OF HAFNIUM-CONTAINING DEFECTS IN GRANULAR NICKEL EP741NP ALLOY USING ELECTRON MICROSCOPY

© 2019

I. N. Trunkin Candidate of Science (Phys. & Math.), Research Engineer;
National Research Centre “Kurchatov Institute”, Moscow, Russian Federation;
igor.trunckin@yandex.ru

M. A. Artamonov Candidate of Science (Phys. & Math.), Head of the Team of Structural Strength,
A. Lyulka Design Bureau, Subsidiary of Ufa Engine Production Association,
Moscow, Russian Federation;
maxartamonov@gmail.com

A. V. Ovcharov Research Engineer;
National Research Centre “Kurchatov Institute”, Moscow, Russian Federation;
ovcharov.91@gmail.com

A. L. Vasiliev Candidate of Science (Phys. & Math.), Leading Researcher;
National Research Centre “Kurchatov Institute”, Moscow, Russian Federation;
a.vasiliev56@gmail.com

In the process of low-cycle fatigue testing of blanks of turbine disks of turbojet engines made of granular EP741NP nickel alloy, fracture samples were obtained. The fracture area was examined by various electron microscopy methods. Accumulation of rounded high-hafnium micro-particles was detected in the center of the fracture according to the data of energy-dispersive X-ray microanalysis. Such clusters are observed in about half the instances of fractures in similar blanks. Hafnium is an alloying element, but its content is strictly limited and should not exceed 0.4 mass %. Elucidation of the nature of the formation of this type of defects is a subject of scientific and practical interest. Using high-resolution transmission electron microscopy, energy-dispersive X-ray microanalysis and electron diffraction, it was determined that these particles are monoclinic single crystal HfO_2 structures. Some particles contain nuclei that differ in their elemental composition and structure. Some of the nuclei contain C, O, S, F, etc. that may be indicators of organic contamination of the sample. A high-carbon amorphous shell was found around some HfO_2 particles. The data obtained indicate that the formation of these particles is associated with organic contaminations. To prevent the formation of such centers of destruction, it is necessary to improve the purity of the technological processes of production.

Turbojet engine; disk; hafnium oxide; granular nickel alloy defects; transmission electron microscopy; energy-dispersive X-ray microanalysis.

Citation: Trunkin I.N., Artamonov M.A., Ovcharov A.V., Vasiliev A.L. Research of hafnium-containing defects in granular nickel EP741NP alloy using electron microscopy. *Vestnik of Samara University. Aerospace and Mechanical Engineering*. 2019. V. 18, no. 2. P. 89-95. DOI: 10.18287/2541-7533-2019-18-2-89-95

References

1. Inozemtsev A.A., Anoshkin N.F., Bashkatova I.G., Garibov G.S., Koryakovtsev A.S. Primenenie diskov iz granul zharoprochnykh nikelovykh splavov v seriynykh GTD aviatsionnoy i nazemnoy tekhniki. V kn.: «*Perspektivnye tekhnologii legkikh i spetsial'nykh splavov: k 100-letiyu so dnya rozhdeniya akademika A.F. Belova*». Moscow: Fizmatlit Publ., 2006. P. 371-376.
2. Garibov G.S., Koshelev V.Ya., Shoroshev Yu.G., Vostrikov A.V. Investigations of composition of non-metallic inclusions found in Ni-base-superalloy powder bulk. *Blanking Productions in Mechanical Engineering*. 2010. No. 1. P. 45-48. (In Russ.)
3. Hann R.E., Sutch P.R., Pentecost J.L. Monoclinic crystal structures of ZrO_2 and HfO_2 refined from X-ray powder diffraction data. *Journal of the American Ceramic Society*. 1985. V. 68, Iss. 10. P. 285-286. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1985.tb11534.x